

MERCERIZED MATERIAL OF BACTERIAL CELLULOSE

Patent number: JP8291201
Publication date: 1996-11-05
Inventor: OGIYA HIROSHI; HIOKI SHINYA; HORI SADANORI;
WATABE OTOHIKO; MORINAGA YASUSHI
Applicant: BIO POLYMER RES:KK
Classification:
- international: C08B15/00; A23L1/05; A23L1/308; C09K3/00;
C12P19/04
- european:
Application number: JP19960029455 19960216
Priority number(s):

Abstract of JP8291201

PURPOSE: To obtain a mercerized material of a bacterial cellulose having a use for an excellent thickener, etc.

CONSTITUTION: This mercerized material of a bacterial cellulose has ≥ 1000 cp viscosity of the aqueous suspension of 0.1%, content of a solid material (bacterial cellulose) measured at the angular speed of 10 rad/s at 30 deg.C by using a dynamic liquid viscoelasticity measuring device, ≥ 8000 cp viscosity at the angular speed of 1rad/s, ≥ 100 cp viscosity at the angular speed of 100rad/s or that of a pseudo plasticity having a yielding point in its flow characteristic, and is produced by performing the mercerization with an ultra high speed homogenizer, a rotatory homogenizer, a high pressure homogenizer or an ultrasonic disintegrator.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-291201

(43) 公開日 平成8年(1996)11月5日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 B 15/00			C 0 8 B 15/00	
A 2 3 L 1/05			A 2 3 L 1/308	
			C 0 9 K 3/00	1 0 3 G
C 0 9 K 3/00	1 0 3		C 1 2 P 19/04	C
C 1 2 P 19/04			A 6 1 K 7/00	J
審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 9 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号	特願平8-29455	(71) 出願人	593041273 株式会社バイオポリマー・リサーチ 神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号
(22) 出願日	平成8年(1996)2月16日	(72) 発明者	扇谷 浩 神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号 株式会社バイオポリマー・リサーチ内
(31) 優先権主張番号	特願平7-30871	(72) 発明者	火置 信也 神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号 株式会社バイオポリマー・リサーチ内
(32) 優先日	平7(1995)2月20日	(72) 発明者	堀 禎憲 神奈川県川崎市高津区坂戸3丁目2番1号 株式会社バイオポリマー・リサーチ内
(33) 優先権主張国	日本 (J P)	(74) 代理人	弁理士 川口 義雄 (外2名) 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 バクテリアセルロース離解物

(57) 【要約】

【課題】 優れた増粘剤などとしての用途を有するバクテリアセルロース離解物の提供。

【解決手段】 固形物(バクテリアセルロース)含量0.1%の水懸濁液を動的液体粘弾性測定装置により測定したときの、30℃における角速度10rad/sでの粘度が1000センチポイズ以上であるバクテリアセルロース離解物、角速度1rad/sでの粘度が8000センチポイズ以上であるバクテリアセルロース離解物、角速度100rad/sでの粘度が100センチポイズ以上であるバクテリアセルロース離解物又は流動特性が降伏値をもつ擬塑性であるバクテリアセルロース離解物、及び超高速ホモナイザー、回転式ホモナイザー、高圧ホモナイザー、又は超音波破碎機により離解処理を行って製造されたこのようなバクテリアセルロース離解物。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 固形物（バクテリアセルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したとき（ただし、30℃における角速度 10 rad/s での測定）の動的粘性率が 1000 センチポイズ以上であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物。

【請求項 2】 固形物（バクテリアセルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したとき（ただし、30℃における角速度 1 rad/s での測定）の動的粘性率が 8000 センチポイズ以上であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物。

【請求項 3】 固形物（バクテリアセルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したとき（ただし、30℃における角速度 100 rad/s での測定）の動的粘性率が 100 センチポイズ以上であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物。

【請求項 4】 固型物（バクテリアセルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したときの 30℃における流動特性がずり速度に対して応力の降伏値をもつ擬塑性であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物。

【請求項 5】 超高速ホモジナイザー、回転式ホモジナイザー、高圧ホモジナイザー、又は超音波破碎機により離解処理を行なって製造されたことを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載のバクテリアセルロース離解物。

【請求項 6】 バクテリアセルロースがセルロース生産性酢酸菌を通気攪拌培養して製造されたものであることを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載のバクテリアセルロース離解物。

【請求項 7】 請求項 1～6 のいずれかに記載のバクテリアセルロース離解物を有効成分として含むことを特徴とする増粘剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、優れた増粘剤などの用途を有するバクテリアセルロース離解物に関する。

【0002】

【従来の技術】 微生物の産生するゲル様セルロース性物質（バクテリアセルロース）は、個々のマイクロフィブリルが平行かつ平面的に配列した微細リボン状の形態を有する。これを離解することにより水系での分散性に優れた保水性の高いセルロース性離解物が得られ、これは水系分散性に優れているので、食品、化粧品又は塗料等の粘度の保持、食品原料生地強化、水分の保持、食品安定性向上、低カロリー添加物又は乳化安定化助剤としての産業上利用価値があること、また、該セルロース性離解物マイクロフィブリルの構造的物理的特徴に基づき高分子、特に水系高分子性補強材として各種の産業用途があること、そしてまた、このような離解物から得られる

シートは高い引張弾性率を示すので該セルロース性離解物を紙状またはシート状に固化した物質はマイクロフィブリルの構造的特徴に基づくすぐれた機械特性が期待され、各種産業用素材としての応用があることは既に知られている（特開昭 61-113601 号参照）。また、バクテリアセルロースの製造方法も、もちろん、既にいくつか知られている（特開昭 62-175190 号など参照）。

【0003】 しかしながら、前掲特開昭 61-113601 号公報の開示の、微生物の産生するゲル様セルロース性物質をそのままあるいはそれに水又は水溶液、または親水性溶媒を加えた状態で機械的剪断力を作用させることによって得られるセルロース性物質の離解物は、前掲用途に供する場合は、なおその物性について顕著な改良を要するのが実情である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 前項記載の従来技術の背景下に、本発明は、従来知られていたバクテリアセルロースの離解物に比較して、その物性（粘度）が顕著に改良されたまたは優れた流動特性を呈するバクテリアセルロース離解物そのもの及びそのような高品質のバクテリアセルロース離解物の製造方法を開発し、提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、前項記載の目的を達成すべく鋭意研究の結果、従来よりも低濃度で長時間離解することにより、前記の高品質のバクテリアセルロース離解物が製造できることを見出し、中でも超高速ホモジナイザー、回転式ホモジナイザー、高圧ホモジナイザー、又は超音波破碎機を用いて離解することにより容易に前記の高品質のバクテリアセルロース離解物を製造することができることを見出し、このような知見に基づいて本発明を完成した。

【0006】 以下、本発明を逐次詳細に説明する。

【0007】 本発明は、第一に、固形物（バクテリアセルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したときの、30℃における角速度 10 rad/s での動的粘性率（以下、単に粘度ともいう）が 1000 センチポイズ以上であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物に関する。

【0008】 本発明は、第二に、固形物（バクテリアセルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したときの、30℃における角速度 1 rad/s での動的粘性率が 8000 センチポイズ以上であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物に関する。

【0009】 本発明は、第三に、固形物（バクテリアセルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したときの、30℃における角速度 100 rad/s での動的粘性率が 100 センチポイズ以上であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物に関

する。

【0010】本発明は、更に、固型物（バクテリアセルロース）含量0.1%水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したときの30℃における流動特性がずり速度に対して応力の降伏値をもつ擬塑性であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物に関する。

【0011】本発明は、また、バクテリアセルロースを超高速ホモジナイザー、回転式ホモジナイザー、高圧ホモジナイザー、又は超音波破碎機により離解処理を行なって製造されたことを特徴とする上記本発明に係わる新規バクテリアセルロース離解物に関する。

【0012】本発明は、更に、上記のバクテリアセルロース離解物を有効成分として含む増粘剤に関する。

【0013】

【発明の実施の形態】先ず、このようなバクテリアセルロース離解物の製造法の一例について説明する。

【0014】製造法の要点は、離解処理に特定の離解機を使用し、微生物の産生するゲル様のバクテリアセルロースを、これに水又は親水性溶媒を加え、しかも低濃度の懸濁液の状態では長時間離解処理に付する、というものである。

【0015】以下、これを詳述する。

【0016】本発明のバクテリアセルロースの離解物は、例えば次の方法で製造し得る。微生物の培養により得たバクテリアセルロースを遠心分離法、濾過法等により培養液から分離する。分離したバクテリアセルロースを必要に応じて洗浄する。洗浄は水又は酸、アルカリ、中性洗剤、界面活性剤、漂白剤等の水溶液で行い得る。

【0017】次いで、水、溶媒等を加えて離解濃度を調整した後、該懸濁液に機械的な力を加えて離解する。離解は水、溶媒等に塩化カルシウム、塩化ナトリウム等の電解質、顔料、活性炭微粒子等の無機化合物、サイズ剤、歩留まり向上剤、蛍光剤、防カビ剤、帯電防止剤、ラテックス等の有機化合物を予め混合して行ってもよい。なお、本発明でいう離解処理が、セルロース生産能を有する微生物の攪拌培養後、培養液から分離精製されたバクテリアセルロースに対して行う、独立した二次的な操作に限定されないことは、当業者には自明のことである。例えば、攪拌培養を行ないながら離解処理を行なってもよい。

【0018】バクテリアセルロースの離解は、機械的外力により発生された応力によりバクテリアセルロースを変形し破壊することによるものと考えられる。機械的外力には、引張り、曲げ、圧縮、ねじり、衝撃、剪断などが挙げられる。

【0019】機械的な外力を加える装置としては、「ポリトロン」（スイスKINEMATICA社）、「ヒスコトロン」（（株）日本医理器）などの超高速ホモジナイザー、「エキセルホモジナイザー」（（株）日本精機製作所）などの回転式ホモジナイザー、「ミニラボ」（デンマー

クRANNIE社）などの高圧ホモジナイザー、及び「SONIFIER」（Branson社）などの超音波破碎機を挙げることができる。

【0020】なお、本発明に関して謂う超高速ホモジナイザーとは、ジェネレーターシャフトが切れ込みの入った固定外刃と超高速回転をし得る回転内刃とからなる構造を特徴とするホモジナイザーである。このホモジナイザーは、内刃を高速回転させたとき、サンプルは中心部に引込まれ、外刃のすき間から外側に遠心力で激しく噴出されるが、このときの回転刃と固定刃の間での機械的破碎（ひきちぎり）作用と同時に発生する高周波パルスエネルギーの作用などとの相乗効果によってホモジナイズできるものである。

【0021】また、回転式ホモジナイザーとは、密閉容器中で刃を回転させることを特徴とするミキサーである。このようなホモジナイザーによる離解においては、機械的外力は攪拌翼とバクテリアセルロースが衝突することによる衝撃力と、媒体の速度差によるズレ現象によって発生する剪断応力が主体となる。

【0022】高圧ホモジナイザーとは、0～数千barに加圧した試料をオリフィスを通してることにより、ホモジナイズできるものである。

【0023】そして、超音波破碎機とは、振動子から発生する超音波で破碎するものである。例えば、振動子の発振方法としては、増幅された電気エネルギーが直接コンバーターで機械的振動に変換され、ホーン先端のチップを超音波振動させる超音波破碎機がある。振動子の発振方法には、この他にもいくつか知られており、電気エネルギーを直接コンバーターで変換しないものもある。このような超音波破碎機による離解においては、機械的外力は超音波発振部の発振により媒体中にキャビテーション（空洞現象）が連続的に発生し、局部的に生じる著しい剪断応力が主体となる。

【0024】このような離解装置によるバクテリアセルロースの離解は、バクテリアセルロースの水性懸濁液の状態で行なうが、本発明によれば、この場合に、水性懸濁液の濃度を従来知られている態様に較べて低い濃度、すなわち0.1%程度に調整すると好適である。濃度が高いと所望の粘度又は流動特性を呈するバクテリアセルロースの離解物を得ることが極めて困難となる。

【0025】離解処理時間も、従来知られている態様とは異なり、より長時間が好ましい。所要時間は、所与の場合において、前記濃度範囲のバクテリアセルロースの水性懸濁液について予備実験を行なうことにより、所望の粘度を呈するに至るまでの離解所要時間として容易に定めることができるが、例えば、実験室スケールの装置の作動条件の範囲においては、離解容量10～500mlにおいて通常0.01～120分である。高圧ホモジナイザーの場合は、必要に応じてオリフィスの通過を複数回行なうとよい。

【0026】上に説明したような条件で離解処理して得られた本発明のバクテリアセルロースは水懸濁液として流通に置くこともできるし、若しくは所望の用途に供することもできるし、または乾燥して乾物の形態（粉体）で流通に置くこともできることは言うまでもない。

【0027】因みに、従来知られている離解処理の態様には、例えば、次のものがある。特開昭62-175190号公報には、ブリティッシュディスイントグレーターを用いる、濃度0.06%で15,000rpmの離解処理が、特開昭63-295793号公報には、「エキセルオートホモジナイザー」を用いる、濃度1%で10分間（15,000rpm）の離解処理が、WO93/11182には、ゴウリンホモジナイザーを用いる、濃度0.1~1.5%でバルバー90分、ゴーリン1pass及びライティングミキサー60分、ゴーリン3passの離解処理が、そして本出願人の出願に係わる特願平5-264830号明細書には、「ポリトロン」を用いる、濃度0.1%で3分（10,000rpm）の離解処理が記載されている。従来のこれらの離解処理条件では本発明の離解物を得られない。

【0028】バクテリアセルロースは、周知の如く、アセトバクター属、リゾビウム属、アプロバクテリウム属、スファエロチルス属、サルチナ属、シュードモナス属、ゾーグレア属などのセルロース生産性微生物の培養によって生産することができる。これらの微生物のうち、酢酸菌と称されるアセトバクター属の細菌が他の属の細菌に比べて短時間で大量のセルロースを生産するので好ましい。

【0029】本発明におけるバクテリアセルロースは、静置培養、攪拌培養、通気培養、振盪培養又はそれらの組み合わせによって得ることができる。例えば、特開昭59-120159号公報、特開昭61-152296号公報、特開昭61-212295号公報、特開昭62-265990号公報、特開昭62-175190号公報、特開昭63-202394号公報、特開昭62-36467号公報、特開昭63-74490号公報、特表平2-500116号公報、特表昭62-500630号公報等に記載の方法によって得ることができる。しかし、バクテリアセルロースの生産性が高く、離解による高粘度化が容易であるという理由から、好ましくは攪拌培養、通気培養又は振盪培養、最も好ましくは通気攪拌培養によって得られたバクテリアセルロースである。

【0030】本発明は、また、上に説明した本発明のバクテリアセルロース離解物を有効成分とすることを特徴とする増粘剤にも関する。

【0031】従来、ポリアクリルアミド、キサンタンガムなどの高分子系増粘剤では、離解により分子鎖が切れるので粘度が下がることは一般的に知られていた。また、植物由来のセルロースを高圧ホモジナイザーを用いて極端にフィブリル化した微細繊維状のセルロース懸濁液（特開昭59-120638の実施例1に従って調製したもの）の場合は、先に説明した本発明の離解処理に付して

も顕著な粘度の増加は認めらず、また本発明のバクテリアセルロース離解物の有するような優れた流動特性を示すこともなかった。

【0032】本発明のバクテリアセルロース離解物は、従来のバクテリアセルロースに比較して顕著に高い粘度又は優れた流動特性を呈するので、少量で各種用途での増粘剤、延いては分散剤、乳化剤などとしても使用することができる。本発明のバクテリアセルロース離解物の用途を例示すると、次のようである。

【0033】すなわち、増粘剤として、食品分野や化粧品分野などで用いることが可能で、ソース、タレ類やジュース類、マヨネーズなどにバクテリアセルロース離解物を少量加えるだけで増粘効果が得られる。化粧品分野ではグリセリンやプロピレングリコールなどの有機溶媒の増粘剤として用いることができる。

【0034】本発明のバクテリアセルロース離解物は、既存の高分子系増粘剤と混合して用いることにより、より高い増粘効果を得ることができる。既存の高分子系増粘剤としては、カラギーナン、アルギン酸ナトリウム、ベクテン、グアガム、カードラン、デンプン、ポリデキストロース、CMC、キサンタンガム、ローカストビーンガム、カラヤガム、ヒドロキシプロピルグアー、デキストラン、トラガカントガム、シクロデキストリン、プルラン、ジェランガム、サクシノグリカンタマリンドガム、キシログルカン、ゼラチン、ポリアクリルアミド、ポリビニルアルコールなど、好ましくはカルボキシメチルセルロース、キサンタンガム等が挙げられる。これらの高分子増粘剤は離解後にも、離解前にも添加することができる。

【0035】分散剤としては、製紙分野において、抄紙工程における、紙料の分散剤やコーティングカラーの分散剤として用いることができ、食品分野では、インスタント味噌汁やジュース、スープなどで少量で高い分散安定効果が得られる。

【0036】付言すると、本発明のバクテリアセルロース離解物は、ノンカロリーの食品用増粘剤として少量で効果が得られる。本発明のバクテリアセルロース離解物を含有する水懸濁液は、均一に分散された飲料や乳製品などとして、固形物が沈殿しにくく、従来の飲料などに用い難かったバクテリアセルロースをこれら用途に用いることが可能になった。

【0037】本発明における粘度の測定法について若干付言する。すなわち、動的液体粘弾性測定装置（例えば、Rheometrics社製FLUIDS SPECTROMETER RFS II）を用い、直径5cmの平行円板の間に濃度0.1%の試料2mlをはさみ、温度30℃、歪10%で角速度を1~100rad/sまで変化させて平行円板を振動させたときの動的粘性率を測定した。

【0038】また、擬塑性についても若干付言する。すなわち、擬塑性とは、応力がある値 τ_c 以下のときは流

動を起さず、応力が τ_r を越すと($\tau - \tau_r$)に比例するずり速度を生じて流動を起す物体の性質である。因みに、この値 τ_r が降伏値である。擬塑性には、ずり応力とずり速度との比例定数がずり速度の増加とともに減少する場合と一定の場合とがあり、後者の場合は特にビンガム性と呼ばれることがある。これらは共に動的液体粘弾性測定装置によって測定できることは周知の通りである。

【0039】本発明の所定の流動特性を有する、即ち降伏値を有する擬塑性のバクテリアセルロース離解物はペンキや各種のスプレッドに用いた場合に液だれを防止することができる。

【0040】本発明のバクテリアセルロース離解物の水懸濁液は温度が高いほど粘度が高く、増粘剤としての効果も高い。

【0041】また、本発明のバクテリアセルロース離解物の水懸濁液は低い歪もしくは低い角速度の領域においてその増粘効果がより顕著となる。

【0042】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に説明する。

【0043】実施例1 (バクテリアセルロースの生産) フラクトース40g/L、リン酸一カリウム1.0g/L、硫酸マグネシウム0.3g/L、硫酸アンモニウム3g/L、「バクトーベプトン」5g/L、乳酸1.4ml/L、初発pH5.0の組成の基本培地100mlを張り込んだ750ml容Rouxフラスコに、セルロ*

第1表

フラクトース	40g/L
KH_2PO_4	1.0g/L
MgSO_4	0.3g/L
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	3g/L
Bacto-Soyton (Difco社製)	5g/L
豆濃 (大豆蛋白質の酸加水分解濃縮液)	5g/L
初発pH	5.0

【0048】培養終了後、ジャーファーマンター内の固形物を集積し、水洗して培地成分を除去した後、1%NaOH水溶液中で110℃で20分間浸漬処理して菌体を除去した。さらに、洗浄液が中性付近になるまで生成セルロースを水洗した後、離解などの後の実験に使用した。

【0049】実施例2 (バクテリアセルロースの離解) 実施例1の方法で得られたジャーファーマンター培養法により得た洗浄バクテリアセルロースに水を加え、離解

*ース生産性酢酸菌アセトバクタースピーシーズBPR2001 (FERM P13466) の凍結保存菌液1mlを植菌し、定温培養器内で28℃で3日間静置培養を行った。静置培養終了後、前記Rouxフラスコをよく振盪した後、無菌条件下で内容物をガーゼ濾過してセルロース片と菌体とを分離した。得られた菌液7.5mlを上記基本培地67.5mlを張り込んだ300ml容バッフルフラスコに植菌し、振盪培養機を用い、振幅2cm、回転速度180rpm、温度28℃の条件で回転振盪しながら3日間シード培養を行った。

【0044】培養終了後、フラスコの内容物をシード菌液とし、以下のジャーファーマンター培養に使用した。

【0045】上記シード菌液60mlを滅菌済みの後述するジャーファーマンター培養用の培地540mlを張り込んだ小型ジャーファーマンター (全容量1000ml) に無菌的に植菌し、30℃で25時間、pHを1N NaOH及び1N H_2SO_4 で5.0にコントロールしながら、また、攪拌回転数を初発400rpmで、溶存酸素量(DO)が3.0~21.0%内に入るように回転数を自動制御しながらジャーファーマンターで培養を行った。

【0046】ジャーファーマンター培養には、下記第1表に示す組成の培地を用いた。

【0047】

【表1】

濃度を0.1% (バクテリアセルロース乾燥重量/容量) に調整した。次いで、この懸濁液35mlを下記第2表に示す離解機を用い、第3表の離解条件で離解処理した。実施例2-1、2-3及び2-6が本発明の実施例であり、実施例2-2、2-4、2-5及び2-7は従来の離解条件に相当すると考えられる条件で離解した比較例である。

【0050】

【表2】

第 2 表

- (a) 超高速ホモジナイザー「ポリトロン」による離解：
PTA10TS の回転刃を使用
- (b) 回転式ホモジナイザー「Ace Homogenizer AM8 型」
(株)日本精機製作所による離解
- (c) 超音波破砕機「SONIFIER」(Branson社)による離解：
3/4" ソリッド型破砕ホーン使用

【0051】

10【表3】

第 3 表

番 号	離解濃度	離 解 機	回転数又は出力	離解時間
2-1	0.1%	(a)	20,000rpm	6分
2-2	0.7	(a)	20,000rpm	6分
2-3	0.1	(b)	18,000rpm	3分
2-4	0.1	(b)	3,600rpm	3分
2-5	0.5	(b)	18,000rpm	20分
2-6	0.1	(c)	出力5.80%間欠発振	80秒
2-7	0.2	(c)	出力5.80%間欠発振	15分

【0052】離解物の粘度測定は、次のようにして行なった。すなわち、Rheometrics 社製動的液体粘弾性測定装置「FLUIDS SPECTROMETER RFS II」を使用し、直径5cmの平行回転円板の間に濃度0.1%のバクテリアセルロース離解物を2mlはさみ、温度30℃、歪10%で※

※角速度10rad/sにおける粘度を測定した。

【0053】下記第4表に測定結果を示す。

【0054】

【表4】

第 4 表

番 号	離解方法	離解物の粘度 (センチポイズ)
2-1 2-2	(a) 「ポリトロン」	1610 130
2-3 2-4 2-5	(b) 「Ace Homogenizer AM8 I	1240 183 100
2-6 2-7	(c) 「SONIFIER」	1220 436

【0055】実施例3

実施例2-3で得られたバクテリアセルロース離解物を濃縮しバクテリアセルロース離解物の濃縮液を得、その粘度を温度30℃、歪10%、角速度10rad/sで測定した。その結果を図1に示す。

【0056】図1から、本発明のバクテリアセルロースはセルクリーム(旭化成社製微細植物セルロース)やMFC(ダイセル化学工業社製微細植物セルロース)よりも、低濃度で高い粘度が得られることが明らかとなった。

【0057】実施例4

実施例1により得られた濃度0.1%のバクテリアセルロース200mlを、Ace Homogenizer AM8を用い18,000rpmの回転数で18分間離解し濃度0.1%のバクテリアセルロース離解物を得た。このバクテリアセルロース離解物の粘度を実施例2におけるのと同様にして測定したところ1040センチポイズであった。

【0058】この濃度0.1%のバクテリアセルロース離解物の温度を4~60℃に変えて粘度測定(角速度1500rad/s)した結果を図2に示す。

【0059】図2より、本発明のバクテリアセルロース離解物（濃度0.1%）は温度が高いほど高い粘度を有することがわかった。このことは高い温度において増粘剤としての効果がより大きいことを示している。

【0060】実施例5

実施例4により得られた濃度0.1%のバクテリアセルロース離解物を角速度を変えて粘度測定（温度30℃）した結果を図3に示す。

【0061】図3から、本発明のバクテリアセルロース離解物（濃度0.1%）の粘度は角速度に対して依存性を有しており、角速度の低い領域において増粘効果が顕著であることがわかった。

【0062】実施例6（既存の増粘剤との粘度の比較）既存の増粘剤として用いられている水溶性高分子の粘度を本発明のバクテリアセルロース離解物と比較した。

【0063】試料としては、ポリアクリルアミド「Percol 57」（協和産業社製）、キサンタンガム（東京化成工業社製）、カルボキシメチルセルロースナトリウム（ナカライテスク社製）、澱粉「SOLUBLE STARCH」（DIFCO LABORATORIES社製）、および、本発明のバクテリアセルロース離解物（実施例2-1及び2-6の離解物）を用いた。

【0064】これらの試料の0.1%水溶液について、実施例2におけると同様にして粘度を測定した結果を図4に示す。

【0065】この図から、本発明のバクテリアセルロース離解物は、従来の増粘剤と比較して非常に高い粘度を示すことが明らかとなった。

【0066】実施例7（既存の増粘剤との流動特性の比較）

実施例2-1に示す離解方法によるバクテリアセルロー*

第5表 混合液の種類と粘度

混合液の種類	粘 度	
	角速度 (rad/s)	
	10	100
キサンタンガム添加	112%	150%
無添加（バクテリアセルロースのみ）	100%	100%

【0071】表中の粘度の値は、測定時のそれぞれの角速度におけるキサンタンガム無添加の離解物（バクテリアセルロースのみ）の場合の粘度を100%としたときの相対的な粘度である。

【0072】

【発明の効果】本発明により、優れた増粘剤などの用途を有するバクテリアセルロース離解物が容易に提供されるところとなった。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のバクテリアセルロース離解物、セルク

* スの離解物とキサンタンガムの0.1%水溶液の流動特性を実施例2におけると同じ動的液体粘弾性測定装置で測定した。結果を図5に示す。

【0067】本発明のバクテリアセルロースの離解物の懸濁液は、従来のキサンタンガムと比較して高い粘度をもつこと（実施例6参照）に加えて応力降伏値をもつビンガム性又は擬塑性であることが明らかとなった。

【0068】実施例8

実施例2-3の0.1%離解物100mlにカルボキシメチルセルロース（以下、CMC、半井化学製）0.1gを35℃でマグネチックスターラーを用いて攪拌しながら溶解させて、バクテリアセルロースとCMCの濃度がそれぞれ0.1%（w/v）の混合液を調製した。この混合液の粘度をバクテリアセルロースのみの場合と比較すると、100rad/sの角速度において14.3%増加していた。CMCの混合により離解物の粘度が相乗的に増加した。また、離解前にCMCを混合した場合も同様の効果が認められた。

【0069】実施例9

実施例2-3の0.1%離解物500mlにキサンタンガム（エコーガム、大日本製薬製）0.5gを室温で溶解させて、混合液を調製した。混合液中のキサンタンガムの濃度は0.1%（w/v）で、バクテリアセルロースの濃度と等しかった。室温で一昼夜密閉下で静置した後粘度を測定した。キサンタンガム無添加の場合と比較した結果を第5表に示す。キサンタンガムの混合により離解物の粘度が著しく増加した。また、離解前にキサンタンガムを混合した場合も同様の効果が認められた。

【0070】

30 【表5】

リーム、MFCの濃度と粘度の関係を示すグラフである。

【図2】本発明のバクテリアセルロース離解物の温度と粘度の関係を示すグラフである。

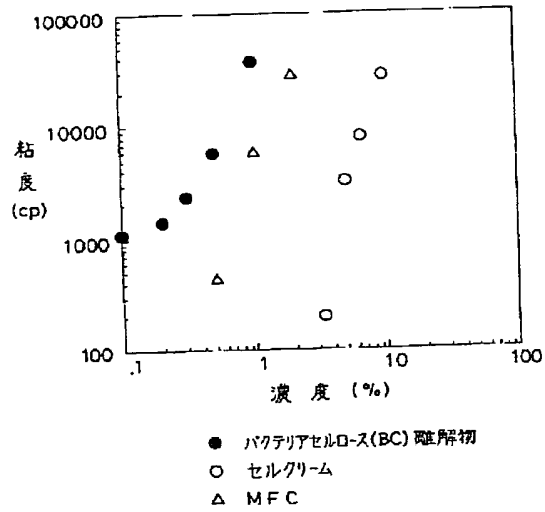
【図3】本発明のバクテリアセルロース離解物、キサンタンガム、ポリアクリルアミドの粘度と角速度の関係を示すグラフである。

【図4】本発明のバクテリアセルロース離解物と他の増粘剤の粘度を示すグラフである。

50 【図5】本発明のバクテリアセルロース離解物とキサン

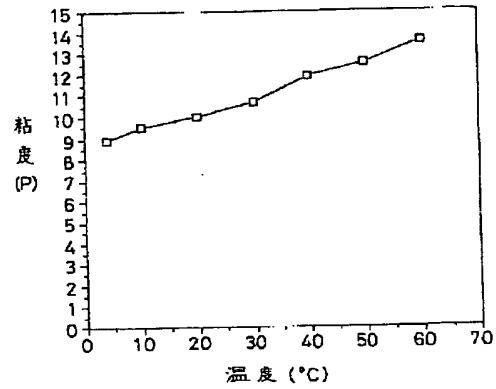
タンガムの流動特性を示すグラフである。

【図1】

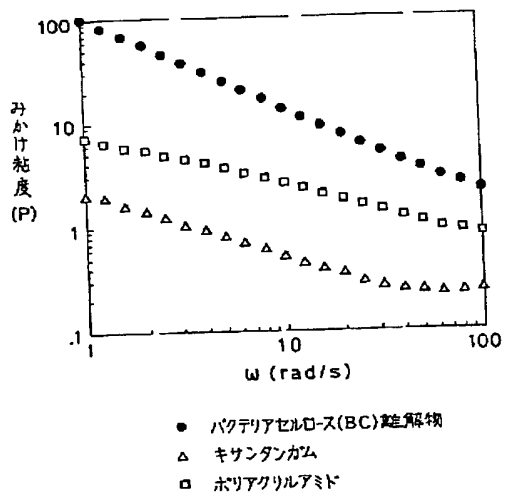


【図2】

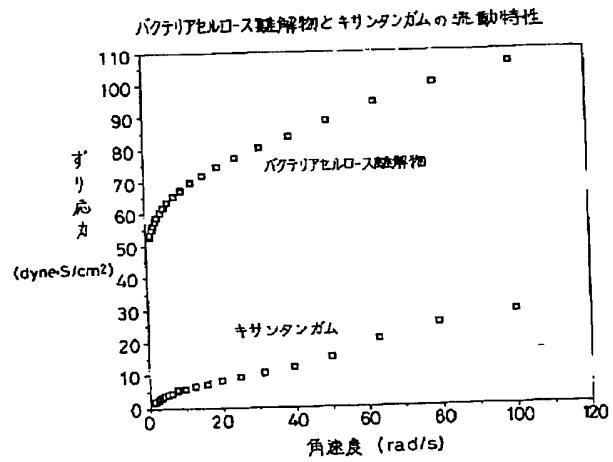
図 2



【図3】

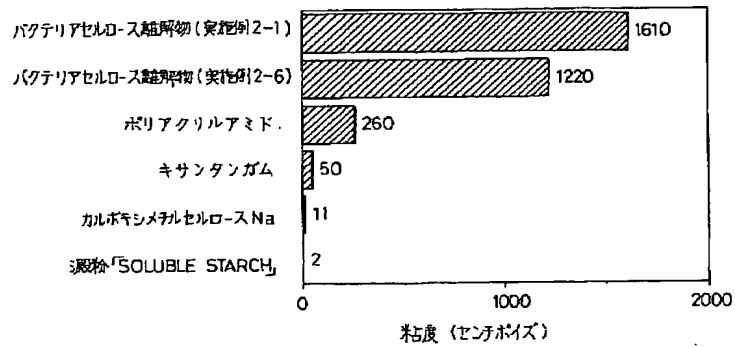


【図5】



【図 4】

本発明の糊解物と他の増粘剤の粘度の比較



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F.I	技術表示箇所
// A 6 1 K	7/00		A 6 1 K 7/00	R
			A 2 3 L 1/04	

(72)発明者 渡部 乙比古
 神奈川県川崎市高津区坂戸 3 丁目 2 番 1 号
 株式会社バイオポリマー・リサーチ内

(72)発明者 森永 康
 神奈川県川崎市高津区坂戸 3 丁目 2 番 1 号
 株式会社バイオポリマー・リサーチ内

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
【部門区分】第 3 部門第 3 区分
【発行日】平成 11 年（1999）7 月 27 日

【公開番号】特開平 8-291201
【公開日】平成 8 年（1996）11 月 5 日
【年通号数】公開特許公報 8-2913
【出願番号】特願平 8-29455
【国際特許分類第 6 版】

C08B 15/00
A23L 1/05
1/308
C09K 3/00 103
C12P 19/04
// A61K 7/00

【F I】

C08B 15/00
A23L 1/308
C09K 3/00 103 G
C12P 19/04 C
A61K 7/00 J
R
A23L 1/04

【手続補正書】
【提出日】平成 9 年 3 月 5 日
【手続補正 1】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】0007
【補正方法】変更
【補正内容】
【0007】本発明は、第一に、固形物（バクテリアセ

ルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したときの、30℃における角速度 10 rad/s での動的測定による複素粘性率の絶対値（以下、単に動的粘性率又は粘度ともいう）が 1000 センチポイズ以上であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物に関する。

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載
【部門区分】第 3 部門第 3 区分
【発行日】平成 11 年（1999）10 月 26 日

【公開番号】特開平 8-291201
【公開日】平成 8 年（1996）11 月 5 日
【年通号数】公開特許公報 8-2913
【出願番号】特願平 8-29455
【国際特許分類第 6 版】

C08B 15/00
A23L 1/05
1/308
C09K 3/00 103
C12P 19/04
// A61K 7/00

【F I】

C08B 15/00
A23L 1/308
C09K 3/00 103 G
C12P 19/04 C
A61K 7/00 J
R
A23L 1/04

【手続補正書】
【提出日】平成 9 年 3 月 5 日
【手続補正 1】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】0007
【補正方法】変更
【補正内容】
【0007】本発明は、第一に、固形物（バクテリアセ

ルロース）含量 0.1% 水懸濁液を動的液体粘弾性測定法により測定したときの、30℃における角速度 10 rad/s での動的測定による複素粘性率の絶対値（以下、単に動的粘性率又は粘度ともいう）が 1000 センチポイズ以上であることを特徴とするバクテリアセルロース離解物に関する。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)